

PIGMENT FOR COSMETIC, AND COSMETIC CONTAINING THE PIGMENT

10/507172

Patent number: JP2001181136  
Publication date: 2001-07-03  
Inventor: WAKI YOSHITETSU  
Applicant: DAITO KASEI KOGYO KK  
Classification:  
- international: A61K7/02; C09C1/00; C09C3/12  
- european:  
Application number: JP19990368722 19991227  
Priority number(s):

Also published as:

 JP2001181136 (A)

Abstract of JP2001181136

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide sufficient water repellency and adhesion to the skin to provide moist feeling.

SOLUTION: This pigment for a cosmetic is obtained by coating the surface of a pigment to be subjected to a coating treatment, with 0.5-30 wt.% n-octyltrimethoxysilane or n-octyltriethoxysilane based on the amount of the pigment by a silane coupling reaction.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-181136

(P2001-181136A)

(43) 公開日 平成13年7月3日(2001.7.3)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	キーワード(参考)
A 6 1 K 7/02		A 6 1 K 7/02	L 4 C 0 8 3
C 0 9 C 1/00		C 0 9 C 1/00	4 J 0 3 7
3/12		3/12	
// C 0 9 B 67/08		C 0 9 B 67/08	C

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平11-368722

(22) 出願日 平成11年12月27日(1999. 12. 27)

(71) 出願人 391015373

大東化成工業株式会社

大阪府大阪市旭区赤川1丁目6番28号

(72) 発明者 脇 祥哲

大阪市旭区赤川1丁目6番28号 大東化成  
工業株式会社内

(74) 代理人 100097755

弁理士 井上 勉

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 化粧品用顔料およびその顔料を含む化粧品

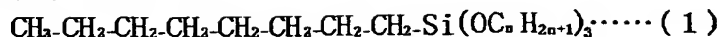
(57) 【要約】

【課題】 十分な撓水性および肌への付着性を得て、しっとりとした感触を得る。

【解決手段】 被覆処理される顔料の表面をその顔料に対して0.5重量%~30重量%のn-オクタトリメトキシシラン、またはn-オクタトリエトキシシランでシランカップリング反応にて被覆する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 顔料の表面が、一般式(1)：



(式中 n は 1 又は 2 の整数である。)

で示される化合物でシランカップリング反応にて被覆処理されてなることを特徴とする化粧料用顔料。

【請求項2】 被覆処理される顔料に対して一般式

(1) で示される化合物の重量比が 0.5~30 重量%である請求項1に記載の化粧料用顔料。

【請求項3】 請求項1または2に記載の化粧料用顔料を配合してなることを特徴とする化粧料。

【発明の詳細な説明】

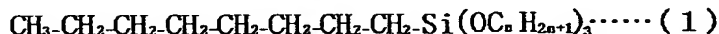
【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、例えばファンデーション、アイシャドウ、ほほ紅等のメイクアップ化粧料に用いられる化粧料用顔料およびその化粧料用顔料を配合してなる化粧料に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、ファンデーション、アイシャドウ、ほほ紅等のメイクアップ化粧料に撥水性を付与するために、それら化粧料に配合される化粧料用顔料に金属セッケンやシリコン化合物を表面処理したものが用いられている。

【0003】



(式中 n は 1 又は 2 の整数である。)

で示される化合物でシランカップリング反応にて被覆処理されてなることを特徴とするものである。

【0006】本発明によれば、一般式(1)で示される化合物を用いて表面処理することにより、十分な撥水性や肌への付着性を得ることができ、しっとりとした感触を得ることができる。ここで、一般式(1)の化合物のアルキル鎖部分は直鎖状でなければならず、直鎖状でない場合には十分な肌への付着性やしっとり感が得られない。一方、アルキル鎖部分の炭素数は8でなければならず、これ未満であると十分な撥水性が得られなかったり、これを越えると目的とする感触のしっとり感が得られないという欠点を生ずる。また、前記一般式(1)中の n を 1 または 2 に定めたのは、シランカップリング反応を起こさせるのに非常に安易であることと、n が 1 または 2 の化合物は安価で入手しやすいという利点があるためである。

【0007】本発明においては、被覆処理される顔料に対して一般式(1)で示される化合物の重量比が 0.5~30 重量%であるのが好ましい。また、さらに好ましくは 1~10 重量%である。前記一般式(1)で示され

【化1】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、金属セッケンで表面処理された化粧料用顔料を化粧料に配合した場合には、撥水性は向上するが感触が重くなってしまいうという問題点がある。一方、シリコン化合物で表面処理された化粧料用顔料を化粧料に配合した場合には、撥水性が飛躍的に向上するが感触がサラッとしすぎており、しっとり感に乏しく、肌への付着性もあまり良くないという問題点がある。

【0004】本発明は、このような問題点を解消するためになされたもので、化粧料に配合された場合に、高い撥水性を有しながら、感触はしっとりとして重くなく、肌への付着性の高い化粧料用顔料を提供し、併せてその化粧料用顔料を配合してなる化粧料を提供することを目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段および作用・効果】前述された目的を達成するために、本発明による化粧料用顔料は、顔料の表面が、一般式(1)：

【化2】

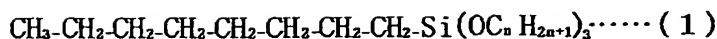
る化合物の重量比が被覆処理される顔料に対して 0.5 重量%未満である場合は十分な撥水性が得られない上に、目的としている感触のしっとり感や肌への付着性の良さが得られず、また 30 重量%を越えると感触がしっとり感を越えて油っぽい湿った感じとなるため好ましくない。したがって、前記一般式(1)で示される化合物の重量比が被覆処理される顔料に対して 1~10 重量%である場合、いかなる化粧料用顔料でも目的とする性能を達成できるという効果を奏する。

【0008】次に、本発明による化粧料は、前述の化粧料用顔料を含有してなることを特徴とするものである。前記化粧料用顔料を化粧料、例えばファンデーション、アイシャドウ、ほほ紅等のメイクアップ化粧料に用いることにより、高い撥水性を有しながら、感触はしっとりとして重くなく、肌への付着性が高いのびのよい化粧料に容易に調製することができる。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明による化粧料用顔料において、一般式(1)：

【化3】



(式中  $n$  は 1 又は 2 の整数である。)

で示される化合物は、 $n$ -オクチルトリメトキシシラン、または  $n$ -オクチルトリエトキシシランであり、これら化合物を直接表面被覆処理反応に用いる。これら化合物を用いてシランカップリング反応にて表面被覆処理する方法としては、被覆処理される顔料を適当なミキサー中で大気中で攪拌中に、前記化合物を液滴下あるいはスプレー噴霧にて加えた後、一定時間高速強攪拌する。その後、攪拌を続けながら  $80\sim 200^\circ\text{C}$  に加熱熟成させることによって、反応表面被覆処理を行う方法が一般的である。

【0010】あるいは、一般式 (1) で示される前記化合物を不活性な有機溶剤、例えば  $n$ -ヘキサン、塩化メチレン等に溶解させておき、この溶液に攪拌中に化粧料用顔料を添加攪拌した後、有機溶剤を完全に蒸発除去し、その後、 $80\sim 200^\circ\text{C}$  に加熱熟成させることにより、反応表面被覆処理を行う方法等も挙げられる。

【0011】この場合、顔料の表面被覆処理に用いられる一般式 (1) で示される化合物、すなわち  $n$ -オクチルトリメトキシシランあるいは  $n$ -オクチルトリエトキシシランの重量比は、被覆処理される顔料に対して  $0.5\sim 30$  重量%である。前記重量比が  $0.5$  重量%未満であると攪水性が充分でなく、また本発明で目的としている性能が充分でなく、 $30$  重量%を越えると感触が非常に油っぽく湿った感じとなり、化粧料としては適さない。なお、前記化合物の重量比は  $1\sim 10$  重量%であるのがより好ましい。

【0012】本発明において、被覆処理される顔料としては、無機顔料、有機顔料および樹脂粉体顔料が用いられる。ここで無機顔料としては、酸化チタン、ベンガラ、黄酸化鉄、黒色酸化鉄、群青、亜鉛華、酸化マグネシウム、マイカ、セリサイト、タルク、シリカ、カオリン、炭酸カルシウム、水酸化クロム、ケイ酸マグネシウム、酸化アルミニウム、硫酸バリウム、チタン被覆雲母等が挙げられる。また、前記有機顔料としては、リソールルビンB、レーキッドC、リソールレッド、ローダミンB、ヘリンドンピンクCN、パーマネントレッド、ベンジジンオレンジG、フタロシアニンブルー等が挙げられる。また、前記樹脂粉体顔料としては、ナイロンパウダー、アクリルパウダー、シリコンパウダー等が挙げられる。

【0013】本発明において、 $n$ -オクチルトリメトキシシラン、または  $n$ -オクチルトリエトキシシランにより表面被覆処理されてなる化粧料用顔料が化粧料に配合された場合、充分な攪水性を持ち、感触はしっとりとしたもので肌への付着性の優れたものとなる。

【0014】

【実施例】次に、本発明による化粧料用顔料および化粧

料の具体的製造例、実施例および比較例について説明する。

【0015】(製造例1) 酸化チタンをヘンシェルミキサーで高速攪拌中に、 $n$ -オクチルトリエトキシシランを酸化チタンに対してその重量比が  $3$  重量%となるように液滴下した。このとき、反応速度のバラツキをなくするため、ヘンシェルミキサー内の温度は  $50^\circ\text{C}$  に設定された。滴下終了後、同じ温度で  $30$  分間攪拌した。その後、ミキサー内の温度を  $110^\circ\text{C}$  として  $3$  時間反応熟成させた。ヘンシェルミキサーより取り出し、ハンマー式粉碎機にて粉碎し、目的とする表面被覆酸化チタン(化粧料用顔料)を得た。

【0016】次に、前述と同様の方法で、前記酸化チタンに代えて、被覆処理される顔料をベンガラ、黄酸化鉄、黒色酸化鉄、タルク、セリサイト、マイカを用いて化粧料用顔料を調製する。なお、前記  $n$ -オクチルトリエトキシシランの量は、ベンガラ、黄酸化鉄、黒色酸化鉄を用いる場合は前記酸化チタンと同様にそれら被覆処理される顔料に対して  $3$  重量%、またタルク、セリサイト、マイカを用いる場合はそれら被覆処理される顔料に対して  $5$  重量%とした。

【0017】(製造例2)  $n$ -オクチルトリメトキシシランを被覆処理される酸化チタンとなるように秤量し、濃度が  $30$  重量%となるように  $n$ -ヘキサンに溶解し、この溶液をヘンシェルミキサーに投入した。この溶液を攪拌中に酸化チタンを加え、 $30$  分間攪拌した。その後、ヘンシェルミキサー内の温度を  $50^\circ\text{C}$  にするとともに減圧して、 $n$ -ヘキサンが完全に蒸発除去されるまで攪拌しつづけた。その後、ヘンシェルミキサー内の温度を  $120^\circ\text{C}$  として  $3$  時間反応熟成させた。この後、ハンマー式粉碎機で粉碎し、目的とする表面被覆処理酸化チタン(化粧料用顔料)を得た。

【0018】次に、前述と同様の方法で、前記酸化チタンに代えて、被覆処理される顔料をベンガラ、黄酸化鉄、黒色酸化鉄、タルク、セリサイト、マイカを用いて化粧料用顔料を調製する。なお、前記  $n$ -オクチルトリメトキシシランの量(重量比)は、ベンガラ、黄酸化鉄、黒色酸化鉄を用いる場合は前記酸化チタンと同様にそれら被覆処理される顔料に対して  $5$  重量%、またタルク、セリサイト、マイカを用いる場合はそれら被覆処理される顔料に対して  $7$  重量%とした。

【0019】なお、製造例1および2で、タルク、セリサイト、マイカで前記  $n$ -オクチルトリエトキシシランまたは  $n$ -オクチルトリメトキシシランの量(重量比)を多くしているのは、これら顔料は活性点が少なく、酸化チタンや種々の酸化鉄と同様の攪水性を得るためには表面被覆量を増さねばならないという理由による。

【0020】（製造比較例1）製造例1と同様にして、酸化チタン、ベンガラ、黄酸化鉄、黒色酸化鉄、タルク、セリサイト、マイカに対して重量比が0.2重量%となるn-オクチルトリエトキシシランを用いて反応被覆処理した。

【0021】（製造比較例2）製造例1と同様にして酸化チタン、ベンガラ、黄酸化鉄、黒色酸化鉄、タルク、セリサイト、マイカに対して重量比が40重量%となるn-オクチルトリエトキシシランを用いて反応被覆処理

した。

【0022】このように製造例1～2および製造比較例1～2で得られた顔料をそれぞれプレス機によって200kg/cm<sup>2</sup>の力でプレスして調製した粉体プレート上での水の接触角を測定し、その結果を表1にまとめた。なお、この接触角は数値が大きいほど親水性が高い。

【表1】

	酸化チタン	ベンガラ	黄酸化鉄	黒色酸化鉄	タルク	セリサイト	マイカ
製造例1	149	151	148	153	142	143	148
製造例2	150	147	152	151	141	144	145
製造比較例1	42	38	45	35	なし	なし	なし
製造比較例2	プレス機でプレスしたが湿っていてきれいなプレートにならず測定不能であった						

【0023】この表1から明らかに、製造例1および2により得られた各化粧料用顔料は、すべて接触角が100°を大きく越えており、良好な親水性が得られることがわかる。また、製造比較例1は、n-オクチルトリエトキシシランによる表面被覆処理量（重量比）が0.5重量%より少ないために接触角が100°を大きく下回り、良好な親水性が得られていない。さらに、製造実施

例2は、n-オクチルトリエトキシシランによる表面被覆処理量（重量比）が30重量%越えるため、得られた化粧料用顔料は油っぽく湿った状態となっているのが明らかである。

【0024】（実施例1, 2）製造例1および2で調製された化粧料用顔料を使用し、以下の配合にてパウダーファンデーションを調製した。

表面被覆処理タルク	10.0
表面被覆処理酸化チタン	10.0
表面被覆処理セリサイト	65.4
表面被覆処理ベンガラ	0.3
表面被覆処理黄酸化鉄	1.5
表面被覆処理黒色酸化鉄	0.4
未処理チタンブラック	0.4
メチルフェニルポリシロキサン	2.0
メチルポリシロキサン（6cs）	4.0
メチルポリシロキサン（20cs）	3.0
メチルポリシロキサン（10,000cs）	3.0
合計	100.0

【0025】（実施例3, 4）製造例1および2で調製された化粧料用顔料を使用し、油性ファンデーションを

調製した。

表面被覆処理タルク	10.00
表面被覆処理セリサイト	21.35
表面被覆処理酸化チタン	20.00
表面被覆処理ベンガラ	0.70
表面被覆処理黄酸化鉄	2.50
未処理チタンブラック	0.45
カルナウバワックス	2.00
パラフィンワックス	3.00
キャンデリアワックス	2.50
ジステアリン酸エチルグリコール	2.00
ショ糖脂肪酸エステル	2.00
メチルフェニルポリシロキサン	8.50
メチルポリシロキサン（6cs）	10.00
メチルポリシロキサン（10cs）	8.00

メチルポリシロキサン (10,000cs) 7.00

合計 100.00

【0026】(実施例5,6)製造例1および2で調製された化粧料用顔料を使用し、以下の配合にW/O (w

ater in oil) ファンデーションを調製した。

表面被覆処理タルク	3.0
表面被覆処理セリサイト	2.0
表面被覆処理酸化チタン	15.0
表面被覆処理ベンガラ	0.2
表面被覆処理黄酸化鉄	2.5
未処理チタンブラック	0.8
メチルポリシロキサン (6cs)	7.4
ジメチルシクロヘキサノール-メチル (ポリオキシエチレン)	
ジメチルシロキサン共重合体	1.8
メチルポリシロキサン (100cs)	8.0
メチルポリシロキサン (10,000cs)	4.0
メチルフェニルポリシロキサン	10.0
エタノール	10.0
1,3-ブチレングリコール	2.0
精製水	33.3

合計 100.0

【0027】(比較例1,2)市販のメチルハイドロキシポリシロキサン2重量%表面処理顔料とステアリン酸マグネシウム5重量%表面処理顔料を用いて、実施例1,2と同様の配合にてパウダーファンデーションを調製した。

【0028】(比較例3,4)比較例1,2に用いた表面処理顔料と同様のものを用いて実施例3,4と同様の配合にて油性ファンデーションを調製した。

【0029】(比較例5,6)比較例1,2に用いた表面処理顔料と同様のものを用いて実施例5,6と同様の配合にてW/Oファンデーションを調製した。

【0030】(比較例7,8)製造比較例1,2で調製された化粧料用顔料を用いて実施例1,2と同様の配合にてパウダーファンデーションを調製した。

【0031】(比較例9,10)製造比較例1,2で調製された化粧料用顔料を用いて実施例3,4と同様の配合にて油性ファンデーションを調製した。

【0032】(比較例11,12)製造比較例1,2で調製された化粧料用顔料を用いて実施例5,6と同様の配合にてW/Oファンデーションを調製した。

【0033】このように実施例1~6および比較例1~12で得られた化粧料を肌に実際に塗布したときの感触をパネラーの評価により表2にまとめた。表中の数字は、1~5の整数で表され、1が最も悪い評価、3が普通の評価、5が最もよい評価という基準である。また、評価の対象とした感触は、撥水性、しっとり感、肌への付着性、のびの良さの4種類で行った。

【表2】

	撥水性	しっとり感	肌への付着性	のびの良さ
実施例1	5	4	5	4
実施例2	5	4	5	4
実施例3	5	5	5	5
実施例4	5	5	5	5
実施例5	5	5	5	5
実施例6	5	5	5	5
比較例1	5	1	1	4
比較例2	4	2	2	2
比較例3	5	1	1	4
比較例4	4	1	2	3
比較例5	5	1	1	3
比較例6	4	1	2	3
比較例7	1	2	1	2
比較例8	5	2	2	1
比較例9	1	1	1	2
比較例10	4	2	1	1
比較例11	1	1	2	2
比較例12	4	1	2	2

【0034】この表2から明らかに、前記製造例1、2で調製された化粧料用顔料を用いて調製された化粧料（実施例1～6）は、市販のメチルヒドロキシポリシロキサン2重量%表面処理顔料とステアリン酸マグネシウム5重量%表面処理顔料を用いて調製された化粧料

（比較例1～6）および製造比較例1、2で調製された化粧料用顔料を用いて調製された化粧料（比較例7～12）と比較して、撥水性、しっとり感、肌への付着性、のびの良さのすべてにおいて著しく優れていることがわかる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4C083 AB232 AB242 AB432 AC012  
AC102 AC122 AC352 AC392  
AC911 AC912 AD151 AD152  
AD222 CC12 DD17 DD27  
DD30 DD32 EE06  
4J037 AA09 AA10 AA15 AA17 AA19  
AA22 AA25 AA26 AA27 AA30  
CB23 DD25 EE03 EE25 EE28  
EE44 FF30